# 使用液质联用系统检测鸡肉中抗球虫药赛杜霉素

LCMSMS-810

**摘要：** 本文采用岛津高效液相色谱系统以及三重四极杆质谱系统，建立了鸡肉中抗球虫药赛杜霉素的检测方法。鸡肉中赛杜霉素经乙腈提取，无需净化，Shim-pack GIST C18 分离，上机测试，结果显示，赛杜霉素在 1~20 ng/mL 范围内，线性良好，相关系数 R 均 >0.9999，准确度 93.4%~107.1% 之间，赛杜霉素检出限 0.07 μg/kg，定量限 0.2 μg/kg，10 μg/kg 加标回收率 81%。该方法前处理简便，灵敏度高，适用于鸡肉中赛杜霉素的定量分析。

**关键词：** 液质联用系统　鸡肉　赛杜霉素　兽药残留

**技术特点：**

- ❖ 参考标准，优化了前处理，无需净化，无明显基质效应。
- ❖ 等度洗脱，单次分析仅 4 min，分析速度快。

赛杜霉素（Semduramicin），又称赛杜米星，或山度霉素，是一种新型的聚醚类离子载体抗生素，用于预防鸡球虫病。《GB 31650-2019 食品中兽药残留限量》规定，在鸡肌肉、肝脏组织中最大残留限量是 130、400 μg/kg。为了防止抗生素滥用，对人类及动物造成的潜在风险，需建立赛杜霉素残留检测的方法。

聚醚类离子载体抗生素由于分子式中缺乏生色团，一般采用 HPLC 柱后衍生的方式或 LCMSMS 进行分析。《GB-31658.24-2022 食品安全国家标准 动物性食品中赛杜霉素残留量的测定法 液相色谱 - 串联质谱法》规定了赛杜霉素的检测方法，试样中残留的赛杜霉素经乙腈提取，石墨化碳氨基 SPE 净化，LCMSMS 正离子模式检测。

本文参考 GB-31658.24-2022 标准，对前处理、色谱条件进行优化，建立了基于 LCMSMS 赛杜霉素残留测试方法，为抗球虫药残留分析参考。

## ■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 LCMS-8045 三重四极杆液质联用系统。具体配置为：

| | | | |
|---|---|---|---|
| 系统控制器： | CBM-40 | 脱气机： | DGU-40 |
| 输液泵： | LC-40BXR × 2 | 自动进样器： | SIL-40C XR |
| 柱温箱： | CTO-40S | 离子源： | ESI |
| 色谱工作站： | LabSolutions Ver. 5.99 | | |

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18(2.1×100 mm，2 μm)，
PN: 227-30001-04，岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：A 相 -0.1% 甲酸水，B 相 -0.1% 甲酸乙腈

流速：0.2 mL/min　　柱温：30°C

进样体积：1 μL

洗脱方式：等度洗脱，95%B

质谱条件

离子源参数

| | | | |
|---|---|---|---|
| 离　子　源： | ESI+ | 接 口 温 度： | 300°C |
| 雾化气流速： | 3.0 L/min | 加热模块温度： | 400°C |
| D L 温　度： | 250°C | 干燥气流速： | 10.0 L/min |
| 干燥气流速： | 10 L/min | 扫 描 模 式： | MRM |

MRM 参数见表 1

表 1　MRM 参数

| 中文名称 | 英文名称 | CAS# | 前体离子 | 产物离子 | Q1 Pre Bias(V) | CE(V) | Q3 Pre Bias(V) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 赛杜霉素 | Semduramicin | 113378-31-7 | 895.40 | 833.40* | -26.0 | -35.0 | -40.0 |
| | | | | 851.40 | -26.0 | -38.0 | -40.0 |

* 定量离子对

1.3 样品前处理

取 2.0 g 鸡肉于 50 mL 离心管内，加 10 mL 乙腈，涡旋 1 min，振荡 10 min，5000 rpm 离心 10min，收集上清液，沉淀加 10 mL 乙腈重复提取一次，合并上清液。取 1 mL 上清液，过 0.22 μm 滤膜，上机测定。

1.4 标准溶液配制

标准工作溶液（1 ng/mL）：取标准储备液 (10 μg/mL) 适量，以 50% 乙腈 / 水稀释，得 1 ng/mL 工作液。2~8°C保存，有效期 1 个月。

基质匹配标准溶液（1 ng/mL）：以不含赛杜霉素的样品为空白，按上述前处理步骤制备空白基质，配制 1 ng/mL 基质匹配标准溶液。

## 结果与讨论

2.1 色谱图

对空白溶剂、标准溶液（1 ng/mL）、基质加标（1 ng/mL）溶液进行分析，其色谱图如下。

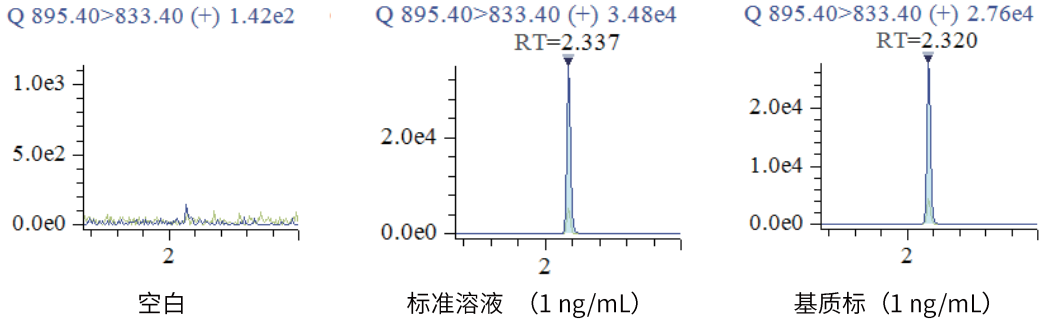


图 1　空白溶剂、标准溶液（1 ng/mL）、基质加标（1 ng/mL）色谱图

2.2 基质效应

目前，基质效应的评定主要为 2 种方法：柱后注射法和提取后添加法，其中后者在液相色谱串联质谱中使用最多，主要是通过比较 2 个不同条件下的信号峰面积平均值，其中，Set1：纯的标准品溶液峰面积，Set2：样品基质提取后添加等浓度标准品的峰面积，则基质效应（M E）＝ Set2/ Set1，要求各条件重复测定 5 次，这种考察方法可更全面、客观的量化评价基质效应。若比值小于 1.0，说明基质对待测物的响应产生抑制作用；若大于 1.0，说明基质的存在增强了待测物的响应；若等于 1.0，说明待测物的响应未受影响，这是最为理想的一种情况，也是建立检测方法时所追求的最高目标。但在实际中，很难得到这样的结果，一般相对比值在 0.80～1.2 之间则认为基质效应不明显 [1]。

按上述“提取后添加法”对浓度为 1 ng/mL 的标准溶液、基质加标溶液进样分析，计算基质效应ＭＥ=85%，无明显基质效应。

2.3 线性及检出限

以 50% 乙腈水为溶剂，配制浓度为 1、2、5、10、20 ng/mL 的标准工作曲线，上机测试，赛杜霉素在 1~20 ng/mL 范围内，线性良好，相关系数 R>0.9999，准确度在 93.4%~107.1% 之间，如图 2。根据信噪比，计算其检出限（S/N=3）和定量限（S/N=10），赛杜霉素检出限 0.07 μg/kg，定量限 0.2 μg/kg，优于标准要求，如下表 2。

表 2　赛杜霉素标准曲线的线性关系

| 化合物 | 线性方程 | 相关系数 R | 准确度 (%) | 检出限 μg/kg | 定量限 μg/kg |
|---|---|---|---|---|---|
| 赛杜霉素 | Y=139329.7X-22642.53 | 0.9999 | 93.4-107.1 | 0.07 | 0.2 |

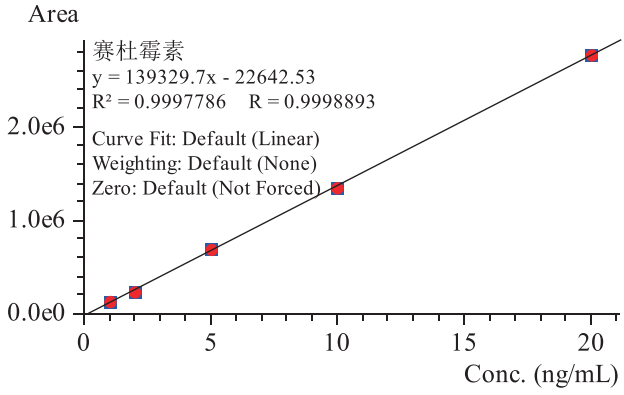


图 2　赛杜霉素标准曲线色谱图

2.4 回收率

选择空白样品，加标 10 μg/kg，每个浓度平行测定 3 次，计算回收率。经计算，平均回收率赛杜霉素 81%，RSD=4.2%，满足标准回收率要求。

## 结论

本文采用岛津超高效液相色谱质谱联用系统，建立了鸡肉中抗球虫药赛杜霉素的检测方法。样品经乙腈提取后直接上机，无明显基质效应。赛杜霉素在 1-20 ng/mL 范围内，线性良好，线性相关系数 R=0.9999，赛杜霉素检出限 0.07 μg/kg，定量限 0.2 μg/kg。该方法前处理简便、灵敏度高。

参考文献

[1] 郑锌 , 王雨晴 , 李莹 , 李长坤 , 李月琪 , 黄涛宏 . 亲水作用色谱 - 三重四极杆质谱法分析肉中代谢调节剂美度铵残留 [J]. 环境化学 , 2022, 41(4): 1457-1460.